

## PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 08-008144

(43)Date of publication of application : 12.01.1996

(51)Int.Cl.

H01G 9/00  
H01G 9/052

(21)Application number : 06-138974

(71)Applicant : NICHICON CORP

(22)Date of filing : 21.06.1994

(72)Inventor : MITSUI KOICHI  
SATO YOSHIKI

## (54) MANUFACTURE OF CAPACITOR ELEMENT

## (57)Abstract:

PURPOSE: To reduce a leak current and improve a withstanding voltage by soldering a valve action metallic wire to a sintered element after the sintered element is reduced with magnesium, and sintering the sintered element again in a vacuum state at a temperature higher the reduction temperature.

CONSTITUTION: A cylindrical solid element of 3.0mm $\phi$  × 4.5mm is molded under pressure with tantalum powder of 150mg. The solid element is sintered at a temperature of 1350° C for 10min with a degree of vacuum of 0.0133Pa or below. With magnesium of 2wt.% to the weight of the solid element, the sintered element is put on a sintering tray and treated by heat at 100° C for 60min with a degree of vacuum of 0.0133Pa or below to reduce oxygen of the sintered element. After the sintered element is cleaned with acid, the sintered element is joined with a tantalum wire in a resistance welding step and sintered again at a temperature of 1350° C for 10min with a degree of vacuum of 0.0133Pa or below. Then, anode oxidization is carried out to form a dielectric oxide film. In these steps, mechanical strength of the tantalum wire and leak-current characteristics are improved greatly.

## LEGAL STATUS

[Date of request for examination] 21.11.2000

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number] 3547484

[Date of registration] 23.04.2004

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

(19)日本国特許庁 (J P)

(12) 公 開 特 許 公 報 (A)

(11)特許出願公開番号

特開平8-8144

(43)公開日 平成8年(1996)1月12日

(51)Int.Cl.<sup>6</sup>

識別記号

庁内整理番号

F I

技術表示箇所

H 0 1 G 9/00  
9/052

H 0 1 G 9/ 24  
9/ 05

C  
K

審査請求 未請求 請求項の数2 O L (全 4 頁)

(21)出願番号 特願平6-138974

(22)出願日 平成6年(1994)6月21日

(71)出願人 000004606

ニチコン株式会社

京都府京都市中京区御池通烏丸東入一筋目  
仲保利町191番地の4 上原ビル3階

(72)発明者 三井 紘一

京都府京都市中京区御池通烏丸東入一筋目  
仲保利町191番地の4 上原ビル3階 ニ  
チコン株式会社内

(72)発明者 佐藤 芳昭

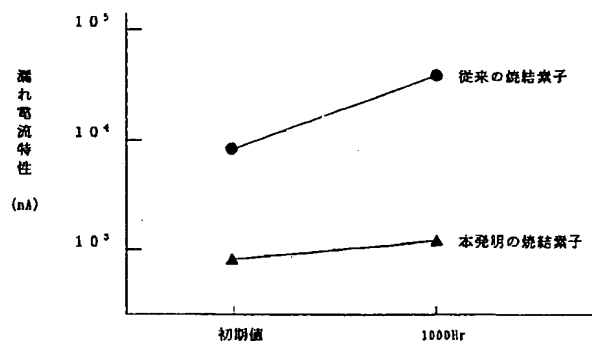
京都府京都市中京区御池通烏丸東入一筋目  
仲保利町191番地の4 上原ビル3階 ニ  
チコン株式会社内

(54)【発明の名称】 コンデンサ素子の製造方法

(57)【要約】

【目的】 弁作用金属を使用した電解コンデンサの焼結体素子中の酸素濃度を低減させることにより、弁作用金属ワイヤーの機械強度の改善、誘電体酸化皮膜の欠陥部を減少させて漏れ電流を低減し、耐電圧の改善、寿命試験の信頼性向上を図ることを目的とする。

【構成】 弁作用金属で成形した素子を真空中で焼結した後、焼結体素子をマグネシウムで、弁作用金属の焼結体素子の酸素を還元する。



## 【特許請求の範囲】

【請求項1】 弁作用金属粉末を加圧成形し、真空中で焼結して焼結体素子を得た後、前記焼結体素子をマグネシウムを使用して還元し、その後電極引出用の弁作用金属ワイヤーを溶接した後、真空中で且つ、上記還元時の温度よりも高い温度で再度焼結することを特徴とするコンデンサ素子の製造方法。

【請求項2】 焼結体素子をマグネシウムを使用して還元した後、酸洗浄し、その後電極引出用の弁作用金属ワイヤーを該素子に溶接することを特徴とする請求項1のコンデンサ素子の製造方法。

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

【産業上の利用分野】 本発明は、タンタル、ニオブ等弁作用金属を使用した電解コンデンサに用いる焼結体素子の製造方法に関するものである。

## 【0002】

【従来の技術】 コンデンサの高容量化の為には、弁作用金属の微粒子化が最も有効で、弁作用金属の表面積を増大させる方法が知られている。

【0003】 弁作用金属の表面積増大に伴い、弁作用金属表面の自然酸化皮膜及び吸着酸素が増加する為、焼結体素子の全体の酸素濃度が増大する。

【0004】 焼結体素子の酸素濃度が増加すると、電極引出用の弁作用金属ワイヤーの機械強度の劣化、誘電体酸化皮膜の欠陥部が増加し、コンデンサを製造した時、漏れ電流が高くなることが知られている。

【0005】 また、上記ワイヤー埋込部の強度が弱いと漏れ電流が高くなる問題があり、一旦焼結した後ワイヤーを溶接した後、再度焼結することにより、焼結体とワイヤーの結合力を向上させる技術が知られている。

【0006】 ワイヤーを溶接するコンデンサ素子は、ワイヤー溶接時に酸素濃度が増加し、上述の様に弁作用金属の微粒子化が進むと大幅に漏れ電流が上昇する為、ワイヤーを溶接することは特性面から出来なかった。

## 【0007】

【発明が解決しようとする課題】 上記した欠陥部の数と、漏れ電流との間には図1に示すような正の相関関係があり、欠陥部が多い程、漏れ電流が高い。また、欠陥部の数が多い程、寿命試験でも漏れ電流の増加等、悪い結果を示す。

【0008】 焼結体素子の酸素濃度と漏れ電流、酸素濃度と弁作用金属ワイヤーの機械強度は、図2、図3に示すような相関関係がある。即ち、焼結体素子の酸素濃度が高いと、漏れ電流の増加、弁作用金属ワイヤーの機械強度の劣化が起こる。

【0009】 一方、焼結体素子の酸素濃度は、弁作用金属粉末の表面積又は、焼結体素子の表面積に比例する

為、高容量値粉末、即ち微粒子化粉末を使用した素子程、焼結体素子の酸素濃度が高くなる。

【0010】 本発明は、このような問題点を解決する為、焼結体素子の酸素濃度を低減させることにより、弁作用金属ワイヤーの機械的強度の改善、誘電体酸化皮膜の欠陥部を減少させて、漏れ電流を低減し、耐電圧の改善、寿命試験の信頼性向上を目的とする。

## 【0011】

【課題を解決する為の手段】 上記目的を達成する為、本発明の焼結体素子の製造方法は、弁作用金属粉末で成形した素子を必要に応じ成形時のバインダーを真空中で除去した後、真空中で焼結する。その後、焼結体素子をマグネシウムで還元し、その後弁作用金属ワイヤーを溶接し、再度真空中で還元時の温度よりも高い温度で焼結することを特徴としている。また、焼結体素子をマグネシウムを使用して還元した後、酸洗浄し、その後電極引出用の弁作用金属ワイヤーを該素子に溶接することを特徴としている。

## 【0012】

【作用】 上記したように本発明の還元処理を実施することにより、酸素濃度の少ない焼結体素子を得ることができ、その結果弁作用金属ワイヤーの機械強度の向上、コンデンサの漏れ電流特性の向上が図れるものである。また、還元処理を行った後に酸洗浄を行い、マグネシウムを除去するので、不純物の少ない焼結体素子が作れ、より漏れ電流特性の良いコンデンサが得られる。

## 【0013】

【実施例1】 以下、本発明の一実施例について説明する。

【0014】 タンタルパウダー150mgを3.0mmφ×4.5mmの円柱型に加圧成形し、この成形素子を0.0133Pa以下の真空中で1350℃で10分間焼結した後、焼結素子重量に対し、2WT% 重量のマグネシウムと焼結素子を焼結皿に入れ、0.133Pa以下の真空中で1000℃で60分間熱処理し、焼結素子中の酸素を還元させた。

【0015】 その後、焼結素子を硫酸で酸洗浄した後、タンタルワイヤーを抵抗溶接し、再度0.0133Pa以下の真空中で1350℃で10分間焼結した。

【0016】 その焼結素子を、EIAJ RC-2361（日本電子機械工業会規格）に示された方法で50Vで2時間保持して、陽極酸化を行い誘電体酸化皮膜を形成した。そしてこのように構成されたコンデンサ素子に35Vの電圧を印加して、2分間充電した後、漏れ電流を測定した。また、タンタルワイヤーの曲げ強さと焼結素子の酸素濃度との関係を測定した。

【0017】 その結果を表1に示す。

## 【0018】

【表1】

使用した焼結素子 焼結素子の特性	従来の焼結素子	本発明の焼結素子
焼結素子の酸素濃度	6125ppm	4079ppm
液中の漏れ電流	2.5nA/ $\mu$ F $\cdot$ V	0.7nA/ $\mu$ F $\cdot$ V
タンタルワイヤーの折曲回数	3.5回	7.6回

【0019】表1の結果から明らかな様に、本発明の還元処理を実施した焼結体素子は、従来法に比べて液中の漏れ電流特性及び、タンタルワイヤーの曲げ強さが改善した。また、焼結素子の酸素濃度も低減している。

【0020】この後、誘電体酸化皮膜の上に、半導体層、カーボン層、銀層を順次形成した後、外部引出し用の陰極リード及び、陽極リードを引出した後、外装樹脂を施してタンタル電解コンデンサを構成した。

【0021】そして、このタンタル電解コンデンサを125℃ 16V印加の高温負荷寿命試験に1000時間供した。その結果を図4に示す。この図4から明らかなように、1000時間後においては、従来の焼結体素子を使用したタンタル電解コンデンサは、漏れ電流が10倍に増加しているが本発明の実施例の焼結体素子を使用したタンタル電解コンデンサは、漏れ電流の増加がほとんどなく、これにより、高温負荷寿命試験の信頼性が改善されることが証明された。

【0022】上述の実施例では、成形素子を製作する際、タンタルパウダーにバインダーを混合しなかったが、成形性を向上させる為にバインダーを混合した場合は、加圧成形後に上記バインダーを真空中で除去した後

で焼結を行った上、還元を行うと良い。また、酸洗浄には硫酸を用いたが、硝酸、塩酸を用いてもよい。また、還元後の温度と同じ温度または低い温度で焼結すると、タンタルワイヤー溶接時に発生する不純物が残存し、漏れ電流特性が悪くなるので、還元時の温度より高い温度で還元すると良い。

【0023】

【発明の効果】以上に述べた様に、本発明のコンデンサは従来の製造方法に比べ、タンタルワイヤーの機械強度や、漏れ電流特性の大幅な改善を行うことができ、実際の製品における高温負荷試験に供した場合の信頼性も著しい改善が計れるものである。

【図面の簡単な説明】

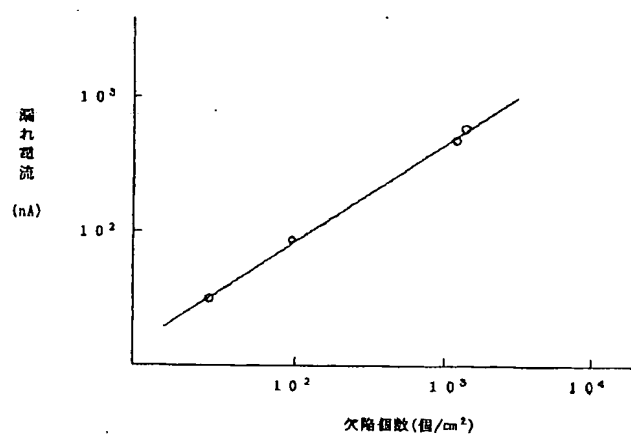
【図1】コンデンサ素子の誘電体酸化皮膜の欠陥個数と漏れ電流の関係

【図2】焼結体素子の酸素濃度とコンデンサ素子の漏れ電流の関係

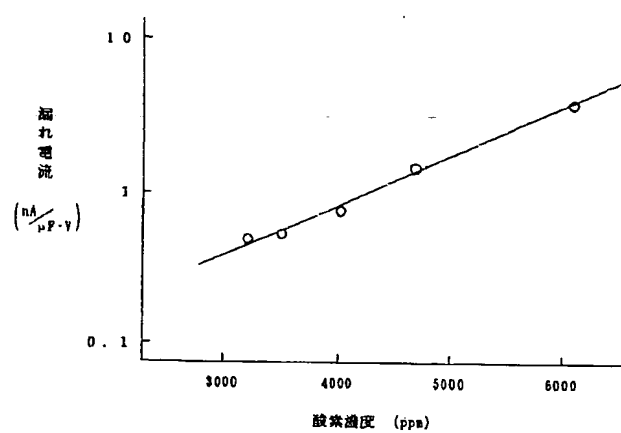
【図3】焼結体素子の酸素濃度と弁作用金属ワイヤーの折曲回数の関係

【図4】高温負荷試験での漏れ電流特性結果

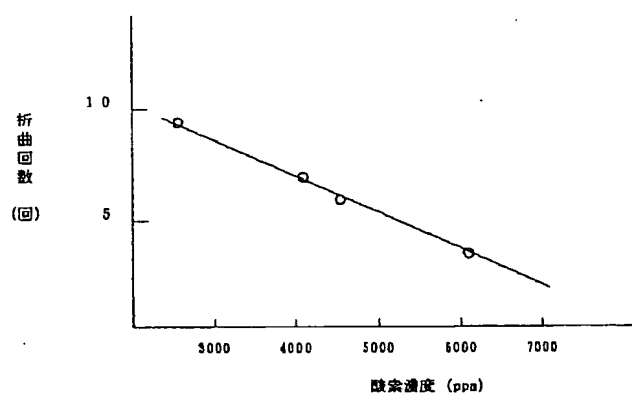
【図1】



【図2】



【図3】



【図4】

